

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

MATERIAL-SAVING PROCESS FOR PRODUCING CRYSTALLINE SOLID SOLUTIONS.

Patent number: EP0324812
Publication date: 1989-07-26
Inventor: BALK PIETER; DESCHLER MARC; GRUTER KLAUS; JURGENSEN HOLGER
Applicant: AIXTRON GMBH (DE)
Classification:
- **international:** C30B25/02; C30B29/40; H01L21/205
- **european:**
Application number: EP19880905675 19880630
Priority number(s): DE19873721638 19870630

Also published as:
 WO890033
 DE3721638
 EP0324812

Abstract not available for EP0324812

Abstract of correspondent: **DE3721638**

A process for producing crystalline solid solutions and in particular III-V semiconductors is described in which in reactor, at least one component of the crystalline solid solution is evaporated from a source and mixed with the component(s) of the crystalline solid solution in a gas phase containing compounds of hydrogen and chlorine, transported to a substrate, and deposited on the substrate. By varying the growth rate between approximately 1 m/h and approximately 500 mu m/h, the total pressure can be varied between approximately 80 mbar and approximately 1 mbar.



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: 0 324 812 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

- (45) Veröffentlichungstag der Patentschrift :
09.09.92 Patentblatt 92/37
- (21) Anmeldenummer : 88905675.0
- (22) Anmeldestag : 30.06.88
- (86) Internationale Anmeldenummer :
PCT/DE88/00401
- (87) Internationale Veröffentlichungsnummer :
WO 89/00335 12.01.89 Gazette 89/02

(51) Int. Cl.⁶ : H01L 21/205, C30B 25/02,
C30B 29/40

(54) MATERIALSPARENDES VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON MISCHKRISTALLEN.

- (30) Priorität : 30.06.87 DE 3721638
- (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung :
26.07.89 Patentblatt 89/30
- (45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
09.09.92 Patentblatt 92/37
- (84) Benannte Vertragsstaaten :
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE
- (56) Entgegenhaltungen :
FR-A- 2 356 271
FR-A- 2 501 908
GB-A- 1 042 933
US-A- 3 925 119
Journal of The Electrochemical Society, vol.
113, No. 7, July 1966 (Princeton, US), J.J. Tiet-
jen et al.: "The preparation and properties of
vapor-deposited epitaxial GaAs_{1-x}P_x using
arsine and phosphine", see pages 724-728

(56) Entgegenhaltungen :
Journal of Crystal Growth, vol. 71, No. 1, Janu-
ary-February 1985, Elsevier Science Publish-
ers B.V. (Amsterdam, NL), K.P. Quinlan et al.:
"Formation of a limiting composition of Ga-
XIn_{1-x}As in the VPE-hydride technique using a
continuous hydrogenchloride etch", pages
246-248, see the whole document
Scientific and Technical Journal, vol. 10, No. 2,
June 1974, K. Dazai et al.: "Vapor phase epi-
taxial growth of GaAs in annitrogen atmospher-
e", pages 125-143, see pages 126, 127,
paragraph 2 "Growth system and experimen-
tal procedure", fig. 1

(73) Patentinhaber : AJXTRON GMBH
Jülicher Strasse 336
W-5100 Aachen (DE)

(72) Erfinder : JÜRGENSEN, Holger
Melatenerstr. 56
W-5100 Aachen (DE)
Erfinder : GRÜTER, Klaus
Malmedeyer Str. 8
W-5100 Aachen (DE)
Erfinder : DESCHLER, Marc
Karl-Friedrich-Str. 38
W-5100 Aachen (DE)
Erfinder : BALK, Pieter
Pommerotter Weg 43
W-5100 Aachen (DE)

(74) Vertreter : Münich, Wilhelm, Dr.
Kanzlei Münich, Steinmann, Schiller
Willibaldstrasse 36/38
W-8000 München 21 (DE)

EP 0 324 812 B1

Anmerkung : Innerhalb von n un Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jemand beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingegangen, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art 99(1) Europäisches Patent-Übereinkommen).

Be schreibung

Technisches Gebiet

- 5 Die Erfindung bezieht sich auf ein materialsparendes Verfahren zur Herstellung von Mischkristallen und insbesondere von III-V-Halbleitern, bei dem in einem Reaktor wenigstens ein Bestandteil des Mischkristalls aus einer Quelle in die Gasphase, die als Reaktionsgas HCl sowie ein Trägergas aufweist, überführt, mit dem oder den anderen gasförmigen Bestandteilen des Mischkristalls gemischt, zu einem Substrat transportiert und auf dem Substrat niedergeschlagen wird.

10 **Stand der Technik**

Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 werden auch als Tietjen-Prozeß bezeichnet und finden insbesondere dann Anwendung, wenn besonders hohe Anforderungen an die Qualität und an die Homogenität der aufgebrachten Mischkristallschichten gestellt werden.

15 In der Vergangenheit sind derartige Verfahren insbesondere zur Herstellung von III-V-Halbleitern, wie GaAs, InGaAs, InP-Schichten, aber auch zur Herstellung von II-VI-Mischkristallen eingesetzt worden. Dabei wurden in der Regel Totaldrücke im Reaktor zwischen 100 und 1000 mbar eingestellt und Wachstumsraten zwischen typischerweise 1µm/h und maximal 30µm/h erzielt. Dabei erhält man die von Epitaxieverfahren bekannte Abhängigkeit zwischen Totaldruck und Wachstumsrate der Schicht, nämlich ein monotonen Absinken der Wachstumsrate mit abnehmendem Druck.

20 Eine Erhöhung des Partialdrucks über ca 1000 mbar ergibt keine wesentliche Erhöhung der Wachstums geschwindigkeit, verschlechtert aber die Qualität der hergestellten Schichten.

Ein Verfahren anderer Gattung, bei dem als Reaktionsgas AsCl₃ verwendet wird, ist aus der FR-A-2 501 25 908 bekannt; bei diesem Verfahren erhält man bei einer Druckvariation im oben genannten Druckbereich ähnliche Wachstumsraten wie obenstehend angegeben. Ähnliches gilt auch für das aus der US-A-3 923 119 bekannte Verfahren anderer Gattung als im Oberbegriff des Anspruchs 1 angegeben.

30 **Darstellung der Erfindung**

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 derart weiterzubilden, daß homogene Mischkristalle mit weiterhin guter Qualität mit großen Wachstumsraten hergestellt werden können, die eine wirtschaftliche Herstellung ermöglichen.

35 Eine erfindungsgemäße Lösung dieser Aufgabe ist mit ihren Weiterbildungen in den Patentansprüchen gekennzeichnet.

Überraschender Weise erhält man bei Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1, also bei Verfahren, bei denen HCl als Reaktionsgas verwendet wird, durch eine Verringerung des Gesamtdrucks im Reaktor auf Werte deutlich unter die bisher gebräuchliche untere Grenze für den Totaldruck Wachstumsraten, die über einen weiten Bereich bis zu Werten variiert werden können, die mehr als den Faktor 10 über den bisher mit gattungsgemäßen Verfahren erzielbaren Werten liegen.

40 Besonders überraschend ist jedoch, daß vermutlich aufgrund eines andersartigen thermodynamischen und thermokinetischen Verhaltens die Wachstumsrate mit sinkendem Gesamtdruck ansteigt. Typischerweise kann man die Wachstumsraten zwischen ca. 1µm/h und ca. 500µm/h dadurch variieren, daß der Totaldruck zwischen ca 80mbar und ca 1 mbar variiert wird.

45 Das erfindungsgemäße Verfahren hat nicht nur den Vorteil, daß hohe Wachstumsraten erzielt werden können, die eine wirtschaftliche Herstellung von Mischkristallen, beispielsweise von III-V-Halbleiter-Mischkristallen erlauben. Damit eignet sich das erfindungsgemäße Verfahren nicht nur zur Herstellung dünner Schichten, sondern auch zur Herstellung des Substrats, auf dem die dünnen Schichten aufgebracht werden. Da die Substratherstellung damit ohne mechanische Bearbeitung möglich wird, können auch sehr empfindliche Systeme, wie InGaAs mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wirtschaftlich hergestellt werden.

50 Darüberhinaus sind die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Schichten extrem homogen und weisen hervorragende elektrische und optische Eigenschaften auf. Man erhält eine hervorragende Morphologie und insbesondere spiegelnde Oberflächen.

Weiterhin zeigt das erfindungsgemäße Verfahren eine hohe Ausbeute, so daß der Einsatz von Gasen und insbesondere von Giftgasen wesentlich reduziert werden kann. Hierdurch wird die Sicherheit bei der Schichtherstellung bei gleichzeitiger weiterer Reduzierung der Kosten erhöht.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es - wie bereits ausgeführt - durch Variation des Gesamtdrucks um ca 2 Zehnerpotenzen die Wachstumsrate um ca. 3 Zehnerpotenzen zu variieren. Darüberhin-

aus möglichst s das erfindungsgemäße Verfahren jedoch, bei in dem erfindungsgemäßen Bereich konstant gehaltenem Gesamtdruck durch Variation and r Parameter die Wachstumsrate ebenfalls in weiteren Bereichen zu variieren. Dies ist in der Praxis von großer Bedeutung, da hierdurch eine sehr genaue Einstellung der Wachstumsrate möglich wird.

5 Beispiele hierfür sind in den Ansprüchen 2 und 4 gekennzeichnet.
Erfindungsgemäß kann beispielsweise der HCl-Partialdruck zwischen ca. $5 \cdot 10^{-6}$ bar und ca. $5 \cdot 10^{-3}$ bar variiert werden. Hierdurch kann die Wachstumsgeschwindigkeit bei konstantem Gesamtdruck um mehr als eine Zehnerpotenz variiert werden (Anspruch 2).

10 Bei Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 werden das oder die Elemente der V.-Hauptgruppe häufig als Wasserstoffverbindungen zugeführt, wie dies im Anspruch 3 angegeben ist.

Im Anspruch 4 ist gekennzeichnet, daß in diesem Falle der Partialdruck der als Wasserstoffverbindungen vorliegenden Elemente der V.-Hauptgruppe zwischen ca. 10^{-4} bar und 10^{-2} bar variiert werden kann, wodurch man eine Variation der Wachstumsgeschwindigkeit um mehr als 2 Zehnerpotenzen erhält.

15 Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich zur Herstellung von III-V-Mischkristallen sowie auch zur Herstellung von II-VI-Mischkristallen.

Bei III-V-Mischkristallen ist es bevorzugt, daß der oder die aus einer Quelle reagierenden Bestandteile ein oder mehrere Elemente der III. Hauptgruppe sind.

Bei Verwendung von Gallium (Anspruch 6) als Element der V-Hauptgruppe kann typischerweise die Temperatur der Quelle 600 - 750°C betragen.

20 Besonders überraschend ist jedoch, daß bei der erfindungsgemäßen Prozessführung als Trägergas anstelle von Wasserstoff (H_2) auch Stickstoff (N_2) oder Edelgase (Helium, Argon) verwendet werden können. Die Ursache hierfür ist die durch die erfindungsgemäße Prozessführung veränderte chemische Reaktion, die den Abscheidungsprozess beeinflußt, so daß während der Epitaxie anstelle von Wasserstoff andere Gase verwendet werden können.

25 Hierdurch ergeben sich eine Reihe von grundlegenden Vorteilen für den Einsatz in Produktionsprozessen:
Durch den Wegfall von Wasserstoff als Trägergas können keine Knallgasreaktionen mehr stattfinden, so daß die Sicherheit des Systems um ein Vielfaches erhöht wird und insbesondere die Prozessführung nicht mehr explosiv ist.

30 Durch die Verwendung von N_2 anstelle von Wasserstoff können die Verbrauchskosten an Trägergas (99 % des Gasverbrauchs) drastisch reduziert werden, da hochreiner Wasserstoff wesentlich teurer als Stickstoff ist.

Bei gleichbleibend guter Morphologie, d. h. bei spiegelnden Oberflächen steigen beispielsweise bei der Herstellung von GaAs die Wachstumsraten bei Verwendung von Stickstoff als Trägergas um ca. 10 % gegenüber der Verwendung von Wasserstoff an. Gleichzeitig sinkt der Einbau von Verunreinigungen um fast eine

35 Zehnerpotenz, so daß die Hintergrunddotierung im 10^{13} cm^{-3} . Bereich mit entsprechendem Anstieg der Ladungsträgerbeweglichkeit liegt.

Kurze Beschreibung der Zeichnung

40 Die Erfindung wird nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher beschrieben, in der zeigen:

Fig. 1 schematisch einen Reaktor zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens,

Fig. 2 die Abhängigkeit der Wachstumsrate vom Gesamtdruck,

Fig. 3 die Abhängigkeit der Wachstumsrate vom HCl-Partialdruck, und

45 Fig. 4 die Abhängigkeit der Wachstumsrate vom AsH_3 -Partialdruck.

Beschreibung eines Ausführungsbeispiels

50 Im folgenden soll das erfindungsgemäße Verfahren ohne Beschränkung des allgemeinen Erfindungsgedankens exemplarisch für die Herstellung von GaAs-Schichten erläutert werden.

Fig. 1 zeigt schematisch einen Reaktor 1 zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. In dem Reaktor 1 sind eine Gallium-Quelle 2 und ein Substrat 3 angeordnet. Ferner sind nicht im einzelnen dargestellte Einlaßleitungen für das dosierte Einlassen von AsH_3 , HCl , H_2 oder N_2 als Trägergas sowie als Dotiergas H_2S vorgesehen. Ausdrücklich soll darauf hingewiesen werden, daß das erfindungsgemäße Verfahren unabhängig von einer speziellen Dotierung ist, so daß die folgenden Angaben exemplarisch zu verstehen sind.

Ähnliche Ergebnisse würde man beispielsweise erhalten, wenn als Dotiergas Dithylzink verwendet wird.

Entsprechend der Anordnung der einzelnen Elemente weist der Reaktor 1 in sich bekannte Weise in Quelle II eine Zone Q mit einer Temperatur T_Q und eine Substratzone S mit einer Temperatur T_S auf. Die einzelnen

Gasströme in dieser Zone sind stark schematisiert Fig. 1 zu entnehmen.

Fig. 2 zeigt die Wachstumsrate r in $\mu\text{m}/\text{h}$ als Funktion des Gesamtdrucks p_{tot} in Pa ($10^5 \text{ Pa} = 1 \text{ bar}$) bei folgender Parameterwahl:

Temperatur T_s der Quelle:	973 K
Temperatur T_D des Substrats:	973 K
Partialdruck p_{HCl} :	100 Pa
Partialdruck p_{AsH_3} :	200 Pa

Fig. 2 ist zu entnehmen, daß bei den bisher üblichen Gesamtdrücken $p_{\text{tot}} \geq 100 \text{ mbar} (= 10^4 \text{ Pa})$ die Wachstumsrate r mit sinkendem Druck abnimmt. Insgesamt erhält man bei einer Druckzunahme um einer Zehnerpotenz auch eine Zunahme der Wachstumsgeschwindigkeit von einer Zehnerpotenz.

Bei ca. 100 mbar beträgt die Wachstumsgeschwindigkeit 1-2 $\mu\text{m}/\text{h}$, ein insbesondere für industriellen Einsatz sehr kleiner Wert. Deshalb sind in der Vergangenheit Gesamtdrücke unter ca. 100 mbar nicht in Betracht gezogen worden.

Erfindungsgemäß ist jedoch erkannt worden, daß bei Drücken unter 100 mbar überraschenderweise die Wachstumsgeschwindigkeit wieder stell mit negativem Druck-Koeffizienten ansteigt. Erst bei Drücken unter 10 mbar geht die Wachstumsrate r in einen Sättigungswert über, der typischerweise um ca eine Zehnerpotenz höher liegt als die höchste Wachstumsrate bei Drücken im Bereich von ca. 1 bar.

Erfindungsgemäß kann die Wachstumsrate bzw. -geschwindigkeit r nicht nur durch Variation des Gesamtdrucks über einen weiten Bereich variiert werden, sondern auch bei einem konstantem Gesamtdruck in dem erfindungsgemäß gewählten Bereich durch Variation von Partialdrücken.

Die Fig. 3 und 4 zeigen hierfür Beispiele. Beiden Beispielen sind folgende Parameter gemeinsam:

$$T_D = 973 \text{ K}, \quad T_s = 973 \text{ K}, \quad p_{\text{tot}} = 10 \text{ mbar}$$

Bei dem in Fig. 3 dargestellten Beispiel ist die Wachstumsrate r als Funktion des HCl-Partialdrucks und bei dem in Fig. 4 gezeigten Beispiel als Funktion des AsH_3 -Partialdrucks dargestellt. In den Figuren ist ferner der Volumenfluß-Bereich Q von AsH_3 in ml/min sowie der jeweils konstant gehaltene Partialdruck angegeben.

Wie den Figuren 3 und 4 zu entnehmen ist, kann erfindungsgemäß auch bei einem sehr kleinen konstanten Gesamtdruck von beispielsweise 10 mbar und konstanter Temperatur die Wachstumsrate r über ca. 3 Zehnerpotenzen variiert werden. Beispielsweise erhält man bei den oben angegebenen Parametern folgende Werte:

50

	p_{HCl}	p_{AsH_3}	Wachstumsrate
35	10^{-5} bar	$0,275 \cdot 10^{-3} \text{ bar}$	$1,6 \mu\text{m}/\text{h}$
	10^{-3} bar	$2,0 \cdot 10^{-3} \text{ bar}$	$277 \mu\text{m}/\text{h}$

40 Die vorstehenden Zahlenwerte gelten für die Verwendung von Wasserstoff (H_2) als Trägergas. Durch die Verwendung von Stickstoff N_2 als Trägergas können insbesondere bei der Herstellung von GaAs die Wachstumsraten nochmals um ca. 10 % erhöht werden. Gleichzeitig sinkt der Einbau von Verunreinigungen um fast eine Zehnerpotenz, so daß die erreichbare Hintergrunddotierung im Bereich von 10^{13} cm^{-3} liegt. Entsprechend steigt die Ladungsträgerbeweglichkeit an.

Ähnliche Ergebnisse können auch bei der Verwendung von Inertgasen wie Helium oder Argon als Trägergas erzielt werden.

Vorstehend ist die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen ohne Beschränkung des allgemeinen Erfindungsgedankens beschrieben worden, innerhalb dessen selbstverständlich die verschiedensten Modifikationen möglich sind:

Erfindungsgemäß wird bei einem Totaldruck gearbeitet, der wenigstens um den Faktor 2-3 unter dem Wert liegt, bei dem man beim Arbeiten im herkömmlichen Druckbereich Wachstumsraten von weniger als $2 \mu\text{m}/\text{h}$ erhält. Dieser Wert beträgt bei GaAs ca. 100 mbar, bei anderen Schichtsystemen kann er natürlich abweichen. Ferner ist es nicht nur möglich, III-V-Halbleiter herzustellen, sondern auch II-VI-Mischkristalle. Darüberhinaus können mit dem erfindungsgemäß Verfahren neben binären auch ternäre oder quarternäre Mischkristalle deponiert werden.

55 In jedem Falle erhält man durch das erfindungsgemäß Verfahren Schicht n hervorragender Qualität mit dem zusätzlichen Vorteil, daß bei einer industriell n Fertigung von Bauel m nt n , deren Schicht n bzw. Schichtfolge n in der Dicke start unterschiedlich sind, eine leichte Einstellung d r Wachstumsrat ohne großen apparativen Aufwand möglich ist. Darüberhinaus ist die Effizienz des rfindungsgemäß Verfahrens sehr

hoch, so daß sich ein entsprechend geringer Materialeinsatz ergibt. Die hohe Wachstumsgeschwindigkeit ermöglicht nicht nur die Herstellung dünner Schichten, sondern auch die Herstellung von Substraten, so daß sich das erfindungsgemäße Verfahren auch zur Herstellung komplizierter Schichten und Substratsysteme eignet.

5

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Mischkristallen und insbesondere von III-V-Halbleitern, bei dem in einem Reaktor wenigstens ein Bestandteil des Mischkristalls aus einer Quelle in die Gasphase, die als Reaktionsgas HCl sowie ein Trägergas aufweist, überführt, mit dem oder den anderen gasförmigen Bestandteilen des Mischkristalls gemischt, zu einem Substrat transportiert und auf dem Substrat niedergeschlagen wird, dadurch gekennzeichnet, daß zur Variation der Wachstumsraten zwischen ca. 1µm/h und ca. 500µm/h der Totaldruck im Reaktor zwischen ca. 80mbar und ca. 1 mbar variiert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Partialdruck des HCl-Reaktionsgases zwischen ca. $5 \cdot 10^{-6}$ bar und ca. $5 \cdot 10^{-3}$ bar variiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das oder die Elemente der V. Hauptgruppe als Wasserstoffverbindungen zugeführt werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Partialdruck der als Wasserstoffverbindungen vorliegenden Elemente der V.- Hauptgruppe zwischen ca. 10⁻⁴ bar und 10⁻² bar variiert wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der aus einer Quelle in die Gasphase überführte Bestandteil ein Element der III. Hauptgruppe ist.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Element Gallium ist.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der in die Gasphase überführte Bestandteil bei einer Temperatur der Quelle von ca. 700°C verdampft wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Trägergas N₂ ist.

40

Claims

1. Process for fabricating mixed crystals and, in particular, III-V semiconductors, wherein at least one component of the mixed crystal is transformed from a source into the gaseous phase, which contains HCl as reactant gas as well as a gaseous carrier, is mixed with the or the other gaseous component or components of the mixed crystal, is transferred to a substrate and precipitated on the substrate, characterized in that the total pressure in the reactor is varied between roughly 80 mbar and 1 mbar approximately so as to vary the growth rate between roughly 1 µm/environ and 500 µm/h approximately.
2. Process according to Claim 1, characterized in that the partial pressure of the HCl reactant gas is varied between roughly $5 \cdot 10^{-6}$ bar and $5 \cdot 10^{-3}$ bar approximately.
3. Process according to Claim 1 or 2, characterized in that the element or elements of main group V is or are supplied in the form of hydrogen compounds.
4. Process according to any of claims 1 to 4,

characterized in that the partial pressure of the elements of main group V, which are present in the form of hydrogen compounds, is varied between roughly 10^{-4} bar and 10^{-2} bar.

5. Process according to any of Claims 1 to 4,
characterized in that the component transformed from a source into the gaseous phase is an element of main group III.
10. 6. Process according to Claim 5,
characterized in that the element is gallium.
15. 7. Process according to any of Claims 1 to 6,
characterized in that the component transformed into the gaseous phase is vaporized at a source temperature of roughly 700°C .
8. Process according to any of Claims 1 to 7,
15 characterized in that the carrier gas is N_2 .

Revendications

20. 1. Procédé de fabrication de solutions solides cristallines, en particulier de semiconducteurs III-V, dans lequel on transforme, dans un réacteur, au moins un composant de la solution solide d'une source en phase gazeuse qui comprend HCl comme gaz réactionnel ainsi qu'un porteur gazeux, on le mélange avec l'autre ou les autres composants gazeux de la solution solide, on le véhicule à un substrat et le précipite sur le substrat,
25 caractérisé en ce que la pression totale dans le réacteur est variée entre 80 mbar environ et 1 mbar environ pour varier le taux de croissance entre 1 $\mu\text{m}/\text{environ}$ et 500 $\mu\text{m}/\text{h}$ environ.
30. 2. Procédé selon la Revendication 1,
caractérisé en ce que la pression partielle du gaz réactionnel à HCl est variée entre $5 \cdot 10^{-6}$ bar environ et $5 \cdot 10^{-3}$ bar environ.
35. 3. Procédé selon la Revendication 1 ou 2,
caractérisé en ce que l'élément ou les éléments de la V^{me} colonne principale est ou sont amenés sous forme de combinaisons de l'hydrogène.
40. 4. Procédé selon une quelconque des Revendications 1 à 3,
caractérisé en ce que la pression partielle des éléments de la V^{me} colonne principale, qui sont présents sous forme de combinaisons de l'hydrogène, est variée entre 10^{-4} bar environ et 10^{-2} bar.
45. 5. Procédé selon une quelconque des Revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que le composant transformé d'une source en phase gazeuse est un élément de la III^{me} colonne principale.
6. Procédé selon la Revendication 5,
caractérisé en ce que ledit élément est gallium.
46. 7. Procédé selon une quelconque des Revendications 1 à 6,
caractérisé en ce que le composant transformé en phase gazeuse est vaporisé à une température de la source de 700°C environ.
50. 8. Procédé selon une quelconque des Revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le porteur gazeux est N_2 .

EP 0 324 812 B1

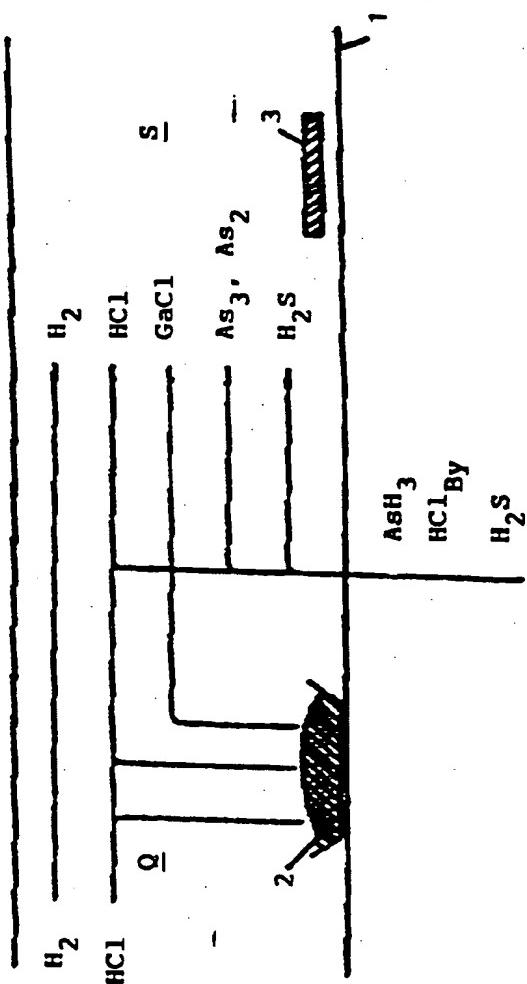


FIG. 1

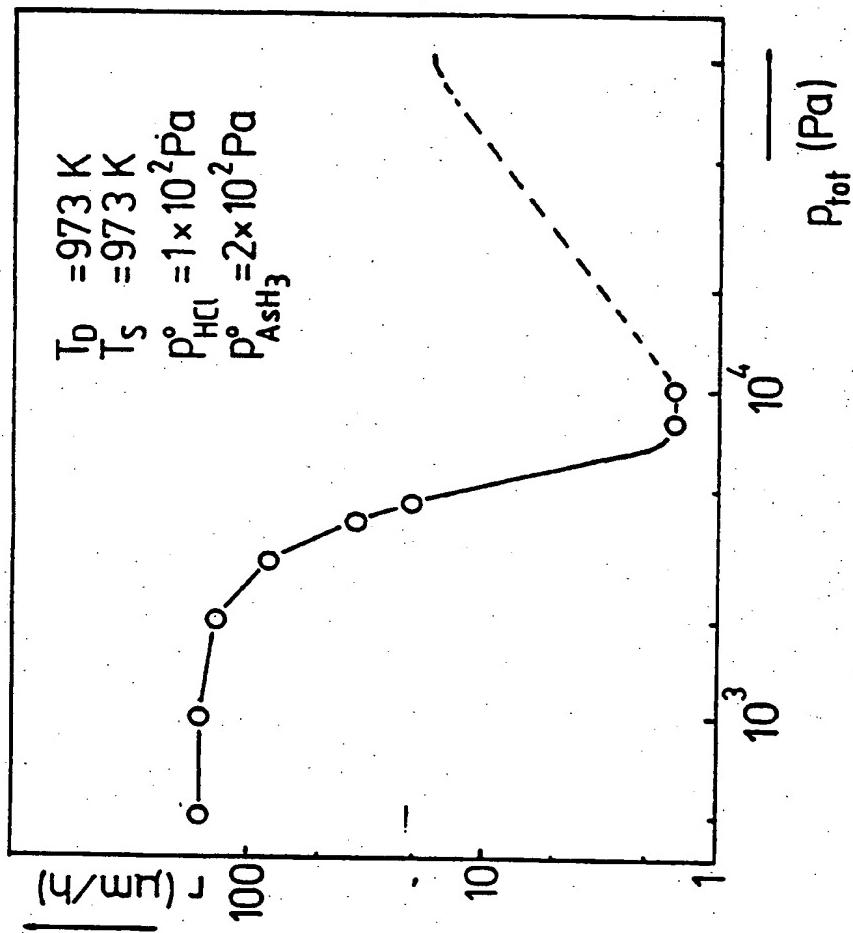


FIG. 2

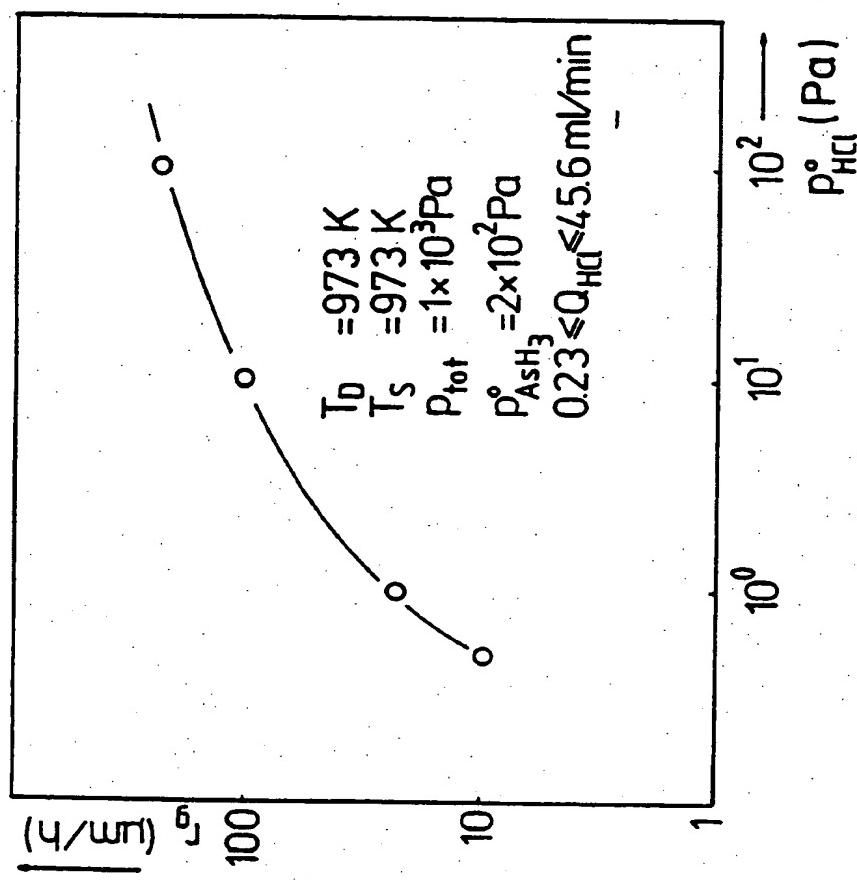


FIG. 3

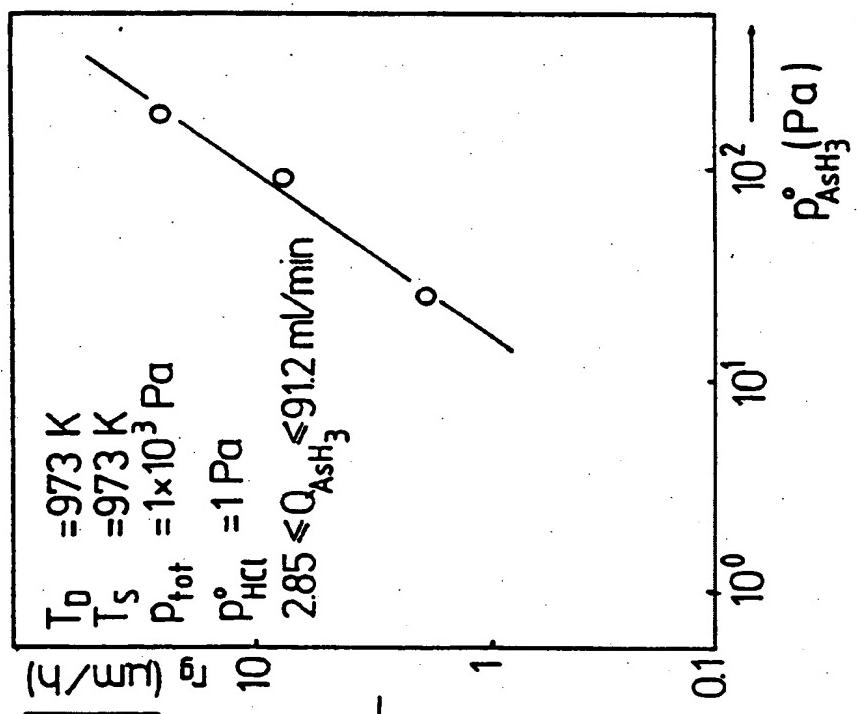


FIG. 4